

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP05/002886

International filing date: 17 March 2005 (17.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE  
Number: 102004014220.3  
Filing date: 23 March 2004 (23.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 19 April 2005 (19.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:**

10 2004 014 220.3

**Anmeldetag:**

23. März 2004

**Anmelder/Inhaber:**

Wacker-Chemie GmbH, 81737 München/DE

**Bezeichnung:**

Verfahren zum Abtrennen von Aluminiumchlorid aus  
Organochlorsilanen

**IPC:**

C 07 F 7/20

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 15. Dezember 2004  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

**Faust**

## Verfahren zum Abtrennen von Aluminiumchlorid aus Organochlorsilanen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von  $\text{AlCl}_3$   
5 aus einem Organochlorsilane enthaltenden Verbindungsgemisch.

Bei der Herstellung von Organochlorsilanen fallen in  
Abhängigkeit vom Verfahren/Prozess Produktströme an, die  
Aluminiumchlorid in unterschiedlichen Konzentrationen enthalten  
10 können. Das  $\text{AlCl}_3$  ist in Abhängigkeit von den Bedingungen, z.B.  
Temperatur, Chemie der Organochlorsilane, zumindest teilweise  
im flüssigen Organochlorsilane-Strom gelöst und kann somit  
durch Filtration nicht entfernt werden.  $\text{AlCl}_3$  kann als Lewis-  
Säure in Abhängigkeit von der Prozesstemperatur stark störende  
15 Einflüsse ausüben.

Eine effektive destillative Trennung von Organochlorsilane und  
 $\text{AlCl}_3$  ist nur bei mittleren Temperaturen bis etwa  $150^\circ\text{C}$   
möglich, da  $\text{AlCl}_3$  die Tendenz zum Sublimieren zeigt und bei der  
20 Anwendung von höheren Temperaturen zumindest teilweise mit den  
Organochlorsilanen über Kopf geht.

Nach Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry hat  $\text{AlCl}_3$   
bei 101,3 kPa eine Sublimationstemperatur von  $181,2^\circ\text{C}$   
25

Störende Einflüsse von  $\text{AlCl}_3$  sind beispielsweise:

1.  $\text{AlCl}_3$  reagiert bei höheren Temperaturen mit Siloxanen, wie  
beispielsweise Methylchloridisiloxanen, unter der Ausbildung von  
30 Alumosiloxanen. In Abhängigkeit vom Verzweigungsgrad dieser  
Alumosiloxane sind diese zähflüssig bis fest und können somit  
Anlagenteile, wie Rohrleitungen verlegen bzw. im Bereich

beheizter Anlagenteile, wie Wärmetauscher durch Ablagerungen den Wärmeübergang stark reduzieren.

Die Bildung derartigen Alumosiloxane wird beispielsweise beschrieben in „W. Noll, Chemistry and Technology of Silicones, 1968, Seiten 238 und 340 - 342 (1).

2.  $\text{AlCl}_3$  katalysiert ausgezeichnet und bereits bei relativ geringen Temperaturen bei Organochlorsilanen den Austausch der organischen Liganden und der Liganden Cl und H, speziell in Gegenwart von Si-H Verbindungen. Diese Reaktionen werden zeitweise gezielt zur Herstellung bestimmter Organochlorsilane eingesetzt. Dieser Ligandentausch kann jedoch auch störend sein, wenn das  $\text{AlCl}_3$  nicht bewusst zugesetzt wurde und dadurch das Produktspektrum in eine nicht gewünschte Richtung verschoben wird.

Derartige Ligandentausch-Reaktionen werden beispielsweise beschrieben in (1), Seiten 57 - 66 und J. Organomet. Chem. 260 (1984), 31 - 39, H. Schmölzer, E. Hengge (2).

FR 2761360 beschreibt, dass beispielsweise durch die gezielte Zugabe von Verbindungen des Typs (R)-Si-(OR) die katalytische Wirksamkeit von  $\text{AlCl}_3$  in Bezug auf den Ligandentausch verringert werden kann. Diese Methode weist jedoch folgende Nachteile auf:

- es muss ein zusätzlicher Stoff eingesetzt werden, der Kosten verursacht, der
- im Anschluss wieder vernichtet/entsorgt werden muss und der
- die destillative Aufarbeitung der Organochlorsilane erschwert.

3.  $\text{AlCl}_3$  katalysiert die Zersetzung von Methylchlordisilanen in Richtung Methylchlormonosilane und Oligo-/Polysilane, in

Gegenwart von Si-H Bindungen beginnt diese Reaktion bereits ab ca. 105°C. Die gebildeten Oligo-/Polysilane können zähflüssig bis fest und unlöslich sein und können die unter Punkt 1. beschriebenen Probleme auslösen.

- 5 Die Bildung dieser Oligo-/Polysilane wird beispielsweise beschrieben in (2).

Besonders störend ist die Anwesenheit bei den nachstehenden Verfahren:

10

1. Direktsynthese von Methylchlorsilanen nach Müller-Rochow.

Bei der Direktsynthese von Methylchlorsilanen wird Silicium mit MeCl in Gegenwart von verschiedenen Katalysatoren bei etwa 265 - 310°C zur Reaktion gebracht. Dabei bildet sich ein Gemisch  
15 aus verschiedenen Methyl-Chlor-(Wasserstoff)-Silanen, wie auch Methylchlordisilane, Methychlordisiloxane und Kohlenwasserstoffe.

Das eingesetzte Si enthält üblicherweise 0,1 - 0,3% Al, ebenso ist bekannt, zusätzlich Al, beispielsweise als Legierung, dem  
20 Reaktionssystem zuzusetzen. Unabhängig von der Quelle und der eingesetzten Form bildet sich aus dem Aluminium zumindest teilweise AlCl<sub>3</sub>, das auf Grund der Temperaturen das System, mit den Reaktionsprodukten und nicht umgesetzten Ausgangsstoffen, über die Gasphase verlässt.

25

In „Catalyzed Direct Reactions of Silicon; K.M. Lewis, D.G. Rethwisch; Elsevier 1993; Kapitel 1“ (3) auf Seite 18, Figure 3, ist ein schematisches Fließbild des Prozesses dargestellt, bei dem die feststoffhaltigen Reaktionsprodukte aus der  
30 Direktsynthese kondensiert, die Feststoffe abgetrennt und das Rohsilan der Destillation zugeführt werden.

In „Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry Vol. A 24, Seite 26“ ist ein ähnlicher Prozess dargestellt.

Das auf diese Weise hergestellte flüssige Rohsilangemisch enthält neben den Methylchlormonosilanen auch  $\text{AlCl}_3$ , Methylchlordisilane, Disiloxane und Kohlenwasserstoffe. Dies bedeutet, dass die unter „störende Einflüsse“ beschriebenen Reaktionen während der destillativen Aufbreitung auch dann auftreten, wenn nur das filtrierte, von Feststoff befreite Rohsilangemisch weiterverwendet wird.

10 In (3) auf Seite 22 - 28 wird alternativ folgende weitere Aufarbeitungsmethode angegeben:

„Das heiße Gas wird nach einer ersten Feststoffabtrennung mittels Zyklon und Heißgasfiltration von unten in einen Wäscher eingeleitet, in dem Produkte mit einem Siedepunkt  $< 170^\circ\text{C}$  von 15 Metallchloriden und anderen Hochsiedern abgetrennt werden. Das Destillat wird in ein Kopfprodukt (Siedepunkt  $< 71^\circ\text{C}$ ) und in ein Seitenprodukt, das hauptsächlich aus den spaltbaren Disilanen besteht, fraktioniert. Das Sumpfprodukt, das Feststoffe und Methylchlorsilane enthält wird regelmäßig abgezogen und der 20 Abfallentsorgung zugeführt.“

Die Nachteile bei diesem Verfahren sind:

- Da es sich bei den Methylchlorsilanen um ein Gemisch aus 25 viele verschiedenen Substanzen mit einem weiten Siedepunktsbereich handelt, ist es nicht möglich gleichzeitig alle verwertbaren Produkte aus den Sumpf des Wäschers und/oder der Fraktionierungseinheit zu treiben und die Temperatur zum Austreiben der Organochlorsilane so gering zu halten, dass die 30 beschriebenen Nachteile nicht auftreten. D.h. betreibt man den Wäscher oder die Fraktionierungseinheit bei Temperaturen, bei der die durch  $\text{AlCl}_3$  katalysierten Reaktionen noch nicht im merklichen Umfang auftreten, nimmt man

automatisch einen Verlust an verwertbaren Methylchlor(di)silanen in Kauf.

Betreibt man jedoch diese Anlagen bei einer höheren Temperatur, bei der fast alle verwertbaren Produkte ausgetrieben werden,

5 treten die unerwünschten Nebenreaktionen im verstärkten Umfang auf, gleichzeitig enthalten die höhersiedenden Fraktionen, wie zum Beispiel die Disilanfraktion, nicht unerhebliche Anteile an mitgerissenem  $\text{AlCl}_3$ .

10 - Die anfallenden Rückstände stellen Suspensionen aus flüssigen Organochlorsilanen und Feststoffen dar. Eine Aufarbeitung oder Entsorgung derartiger Produktströme ist allgemein als problematisch einzustufen.

15 Betrachtet man in (3) Figures 4 und 5, Seite 25, 26 und erläuternder Text, so erkennt man, dass das mit dem „crude MCS direct reaction mixture“ eingebrachte  $\text{AlCl}_3$  mit den Disilanen in Richtung Column A ausgeschleust wird und spätestens in diesem Bereich bzw. in der nachfolgenden Disilan-Aufarbeitung  
20 die bereits mehrfach beschriebenen Probleme hervorgerufen wird.

## 2. $\text{AlCl}_3$ -katalysierte Hochsieder-Aufarbeitung.

Beispielsweise in der EP 829484 A ist die  $\text{AlCl}_3$ -katalysierte Spaltung der Hochsieder aus der Methylchlorsilan-Synthese  
25 mittels  $\text{HCl}$  oder  $\text{H}_2$  oder entsprechenden Gemischen beschrieben. Beispielsweise in der EP 155626 A ist die  $\text{AlCl}_3$ -katalysierte Umwandlung von Hochsiedern und Leichtsiedern in Richtung besser verwertbare Monosilane beschrieben.

Bei der Aufarbeitung dieser Reaktionsprodukte treten  
30 vergleichbare Probleme auf, wie sie bei der Direktsynthese beschrieben wurden.

### 3. Aminkatalysierte Disilanspaltung.

Verschiedene Methylchlordisilane, die als Nebenprodukt bei der Direktsynthese anfallen, können mit Chlorwasserstoff direkt in Methylchlormonsilane überführt werden (Disilanspaltung). Diese  
5 Reaktion wird beispielsweise durch tertiäre Amine, wie Tributylamin, katalysiert und ist in (3) auf Seite 30 - 31 beschrieben.  $\text{AlCl}_3$  bildet aber mit Aminen Komplexe die keine/ eine sehr stark verringerte katalytische Aktivität haben, d.h. ist bei der Disilanspaltung  $\text{AlCl}_3$  in ausreichenden Mengen  
10 vorhanden, kommt die Reaktion zum Erliegen.

Es bestand die Aufgabe, ein Verfahren bereitzustellen, welches ermöglicht, aus  $\text{AlCl}_3$ -haltigen Organochlorsilanströmen das  $\text{AlCl}_3$  und gegebenenfalls weitere vorhandene Feststoffe auf  
15 einfache Art auch dann abtrennen zu können, wenn auf Grund des Siedepunktes der Organochlorsilane eine herkömmliche destillative Trennung nicht effektiv ist.

20 Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Abtrennung von  $\text{AlCl}_3$  aus einem Organochlorsilane enthaltenden Verbindungsgemisch (V1) mit einem  $\text{AlCl}_3$ -Gehalt von  $>200$  ppm bezogen auf den Gehalt an Organochlorsilanen, bei dem das  
Verbindungsgemisch (V1) mit Verbindungen (V2), die ausgewählt  
25 werden aus Organochlorsilanen oder Mischungen aus Chlormethan und Organochlorsilanen derart verdünnt wird, dass ein Produktstrom (P) mit  $< 15$  % Feststoffen, bei einer gleichzeitigen Konzentration  $< 25\%$  an Komponenten mit einem Siedepunkt  $> 71^\circ\text{C}$  bei 1013 hPa anfällt und dieser Produktstrom  
30 (P) in einer Verdampfereinheit bei einer Temperatur  $< 165^\circ\text{C}$  in flüchtige Verbindungen (FV) und  $\text{AlCl}_3$  haltigen Feststoff (F) aufgetrennt wird, wobei alle Konzentrationsangaben auf das Gewicht bezogen sind.



Durch die Verdünnung des Verbindungsgemisches (V1) mit den weitgehend feststoff- und hochsiederfreien Verbindungen (V2) werden durch den „Mitreißeffekt“ auch Organochlorsilane mit  
 5 einem Siedepunkt der oberhalb der Verdampfungstemperatur liegt nahezu vollständig verdampft, so dass der anfallende  $\text{AlCl}_3$  haltige Feststoff (F) trocken ist und somit einfach gehandhabt werden kann.

10 Das Verbindungsgemisch (V1) stammt bevorzugt aus der Aufarbeitung des Produktgemisches aus der Direktsynthese von Alkylchlorsilanen oder aus der  $\text{AlCl}_3$ -katalysierten Hochsiederspaltung der Nebenprodukte der Direktsynthese.

15 Bei der Direktsynthese von Alkylchlorsilanen der allgemeinen Formel (I)  $\text{R}_a\text{H}_b\text{SiCl}_{4-a-b}$ , in der a die Werte 1, 2, 3 oder 4 und b die Werte 0, 1 oder 2 bedeuten, aus Siliciummetall und Alkylchloriden  $\text{R-Cl}$ , wobei R einen Alkylrest bedeutet, entstehen als Nebenprodukte Di- und Oligosilane, Carbosilane,  
 20 Siloxane und hochsiedende Crackprodukte.

Das Organochlorsilane enthaltende Verbindungsgemisch (V1) weist vorzugsweise einen  $\text{AlCl}_3$ -Gehalt von  $>300$  ppm, besonders bevorzugt  $> 500$  ppm auf. Das Verbindungsgemisch (V1) kann neben  
 25  $\text{AlCl}_3$  noch weitere Feststoffe in gelöster oder ungelöster Form enthalten.

Die Konzentration an Organosilanen mit einem Siedepunkt von über  $71^\circ\text{C}$  beträgt im Verbindungsgemisch V(1) bevorzugt  $> 25\%$ ,  
 30 besonders bevorzugt  $> 35\%$ , insbesondere  $> 45\%$ .

Das Verbindungsgemisch V(2) weist vorzugsweise einen  $\text{AlCl}_3$ -Gehalt von  $< 50$  ppm, besonders bevorzugt  $< 30$  ppm, insbesondere

< 20 ppm auf. Die Konzentration an Organosilanen mit einem Siedepunkt von über 71°C beträgt im Verbindungsgemisch V(2) vorzugsweise < 5%, besonders bevorzugt < 3%, insbesondere < 1%. Das Verbindungsgemisch V(2) kann weitere leichtflüchtige  
5 Komponenten wie beispielsweise Chlormethan enthalten.

Das Mischungsverhältnis aus V(1) und V(2) wird so eingestellt, dass der Feststoffgehalt des resultierenden Produktstroms (P) < 15 Gew.%, bevorzugt < 8 Gew.%, besonders bevorzugt < 4 Gew.%  
10 beträgt und der Anteil an Komponenten mit einem Siedepunkt über 71°C < 25%, bevorzugt < 15%, besonders bevorzugt < 10% beträgt. Falls erwünscht können neben den Verbindungsgemischen V(1) und V(2) noch weitere feststoffhaltige Ströme wie beispielsweise nicht mehr verwertbare Silicium-Stäube aus der Direktsynthese  
15 oder Suspensionen von Si-Stäuben aus der Direktsynthese, wie sie beispielsweise in Zyklonen, Filtern und Schlämmen anfallen, zugesetzt werden, mit der Maßgabe, dass die o.g. Merkmale für den Produktstrom (P) eingehalten werden. Hierzu wird auf (3) Figure 3, verwiesen (incorporated by reference).

20 Der Produktstrom (P) wird bevorzugt bei < 155°C, besonders bevorzugt bei < 145°C getrennt. Die Verdampfereinheit wird so ausgeführt, dass die Auftrennung in weitgehend trockene Feststoffe (F) und gasförmige flüchtige Verbindungen (FV)  
25 möglichst rasch erfolgt. Der Fachmann bezeichnet eine derartige Trennung auch als „Flash-Verdampfung“, d.h. es gibt keine Blase/Sumpf, in der der Produktstrom (P) laufend beheizt wird. Ein derartige Verdampfereinheit kann beispielsweise eine Einheit zur Sprühverdampfung, Dünnschicht- oder  
30 Dünnschichtverdampfung sein.

Falls erwünscht können beim raschen Verdampfen noch weitere leichtflüchtige oder gasförmige Verbindungen derart zudosiert

werden, dass die Ableitung der verdampften flüchtigen Verbindungen (FV) begünstigt wird. Diese Verbindungen müssen sich aber im System chemisch inert verhalten. Als gasförmige Komponenten können beispielsweise Edelgase oder Stickstoff zum Einsatz kommen, als leichtflüchtige Verbindung kann beispielsweise Chlormethan zum Einsatz kommen.

Die gasförmig abgezogenen flüchtigen Verbindungen (FV) sind weitgehend frei von unerwünschten  $\text{AlCl}_3$ -Verunreinigungen, beim Verdampfen mitgerissene Feststoffe können, falls erwünscht, vor oder nach der Kondensation nochmals mittels Filtration abgetrennt werden.

Alle angegebenen Temperaturen beziehen sich auf Normaldruck (1013 hPa). Das erfindungsgemäße Verfahren kann auch bei reduzierten wie auch bei erhöhtem Druck zur Anwendung kommen. Da die Sublimationstemperaturen wie auch die Siedetemperaturen stark vom Druck abhängen, ändern sich in diesem Falle die Temperaturen entsprechend.

Alle angegebenen Konzentrationsangaben beziehen sich auf das Gewicht.

### Beispiele

#### 25 Apparatur:

Ein Dreihals-Glaskolben mit aufgesetztem Tropftrichter, Gaszuleitung und wärmeisolierter Gasableitung wird in ein elektrisch beheiztes Ölbad mit der Temperatur [T] getaucht. Über die Gaszuleitung kann bei Bedarf Stickstoff ins System eingebracht werden, über den Tropftrichter wird der Produktstrom [P] so schnell zudosiert, dass sich im stationären Zustand keine merklichen Anteile an flüssigen Produkten im beheizten Kolben befinden. Die verdampften Organochlorsilane,

Kohlenwasserstoffe, Chlorkohlenwasserstoffe und der gegebenenfalls eingespeiste Stickstoff verlassen über die isolierte Gasableitung den Kolben und werden einem, mit Trockeneis gekühlten, Kondensationssystem zugeführt [D =  
 5 Kondensat]. Die mit dem Produktstrom [P] eingebrachten Feststoffe sowie die meisten der in [P] gelösten Metallchloride verbleiben weitgehend im Kolben.

Die Analytik der Organochlorsilane, Kohlenwasserstoffe, Chlorkohlenwasserstoffe erfolgte mittels GC. Die Bestimmung der  
 10 Aluminiumgehalte in der Organochlorsilanen, wie auch die Analytik der Feststoffe erfolgte mittels ICP.

Alle Beispiele wurden bei Normaldruck durchgeführt.

#### Vergleichsbeispiel 1

15 Es soll der Nachweis erbracht werden, dass durch eine herkömmliche Destillation hochsiedende Organochlorsilane und  $\text{AlCl}_3$  nicht effektiv getrennt werden können.

In einer laborüblichen diskontinuierlichen Destillationsanlage wird  $\text{AlCl}_3$  und feststoffhaltiges Rohsilangemisch einer

20 fraktionierten Destillation bis zu einer Sumpftemperatur von  $167^\circ\text{C}$  unterworfen. Die erhalten feststofffreien Destillate 1-A bis 1-E und der feststoffhaltige flüssige Rückstand 1-R wurden analysiert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1

Fraktion	1-A	1-B	1-C	1-D	1-E	1-R
Kopftemperatur (°C)	20 - 65	65 - 70	70 - 75	75 - 78	78 - 160	
Summe aus Dimethytetra-chlordisilan und Trimethyltri-chlordisilan	3,5	3,7	8,2	12,3	78,8	83,7
Verbindungen mit einem Siedepunkt > 75°C, ohne Dimethytetra-chlordisilan und Trimethyltri-chlordisilan	1,3	1,3	4,4	3,4	11,3	15,9
Aluminiumgehalt (ppm)	<3	<3	3	4	185	8200

## Beispiel 2 - 4

- 5 Die Produktströme [V1] und [V2] und 3 Gew.% feinste Siliciumstäube, wie sie in (3) Figure 3. „Filter“ beschrieben werden, wurden in jenem Verhältnis gemischt, dass der Produktstrom [P] entstand. Dieses Gemisch wurde in die beschriebene Apparatur bei einer Ölbadtemperatur von 140°C, 150°C und 160°C dosiert, wobei zusätzlich über die Gaszuleitung ein geringer Stickstoffstrom eingespeist wurde. Die dabei erhaltene feststofffreien Kondensate [D] enthielten in allen Fällen einen Al-Gehalt von <2 ppm. Die Ergebnisse sind in
- 10 Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 2

	V-1	V-2	P
Chlormethan	0	5,9	4,9
Dimethylchlorsilan	0	0,7	0,5
Methyldichlorsilan	0	8,2	7,3
Trimethylchlorsilan	0,2	3,8	3,3
Methyltrichlorsilan	0,8	7,3	6,6
Dimethyldichlorsilan	41,9	72,0	70,1
Summe aus Dimethytetrachlordisilan und Trimethyltrichlordisilan	47,7	0,0	4,8
Verbindungen mit einem Siedepunkt > 71°C, ohne Dimethytetrachlordisilan und Trimethyltrichlordisilan	9,4	2,1	2,6
Aluminiumgehalt (ppm)	750	5	80

## Beispiel 5

Analog Beispiel 2 - 4, mit der Änderung, dass das

- 5 Mischungsverhältnis aus [V1] und [V2] geändert wurde und dadurch der Produktstrom [P] die nachstehende Zusammensetzung aufwies, die Ölbadtemperatur betrug 160°C. Das dabei erhaltene feststofffreie Kondensat [D] enthielten einen Al-Gehalt von 6 ppm. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Tabelle 3

	P
Chlormethan	4,4
Dimethylchlorsilan	0,5
Methyldichlorsilan	6,5
Trimethylchlorsilan	3,1
Methyltrichlorsilan	6,0
Dimethyldichlorsilan	66,2
Summe aus Dimethytetrachlordisilan und Trimethyltrichlordisilan	9,6
Verbindungen mit einem Siedepunkt > 71°C, ohne Dimethytetrachlordisilan und Trimethyltrichlordisilan	3,6
Aluminiumgehalt (ppm)	170

## Beispiel 6:

Analog Beispiel 2 - 4, mit der Änderung, dass ein anderes Verbindungsgemisch [V2] zum Einsatz kam, auf die zusätzliche Dosierung von Si-Stäuben verzichtet wurde und während des Versuches kein Stickstoff in die Anlage dosiert wurde. Das dabei erhaltene feststofffreie Kondensat [D] enthielten einen Al-Gehalt von <2 ppm. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 aufgeführt.

10

Tabelle 4

	V-1	V-2	P
Dimethylchlorsilan	0	0,2	0,2
Methyldichlorsilan	0	3,0	2,7
Trimethylchlorsilan	0,2	2,1	1,9
Methyltrichlorsilan	0,8	6,0	5,5
Dimethyldichlorsilan	41,9	87,8	83,2
Summe aus Dimethytetrachlordisilan und Trimethyltrichlordisilan	47,7	0,0	4,8
Verbindungen mit einem Siedepunkt > 71°C, ohne Dimethytetrachlordisilan und Trimethyltrichlordisilan	9,4	1,0	1,8
Aluminiumgehalt (ppm)	750	<5	70

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Abtrennung von  $\text{AlCl}_3$  aus einem  
Organochlorsilane enthaltenden Verbindungsgemisch (V1) mit  
5 einem  $\text{AlCl}_3$ -Gehalt von  $>200$  ppm bezogen auf den Gehalt an  
Organochlorsilanen, bei dem das Verbindungsgemisch (V1) mit  
Verbindungen (V2), die ausgewählt werden aus  
Organochlorsilanen oder Mischungen aus Chlormethan und  
Organochlorsilanen derart verdünnt wird, dass ein  
10 Produktstrom (P) mit  $< 15$  % Feststoffen, bei einer  
gleichzeitigen Konzentration  $< 25\%$  an Komponenten mit einem  
Siedepunkt  $> 71^\circ\text{C}$  bei 1013 hPa anfällt und dieser  
Produktstrom (P) in einer Verdampfereinheit bei einer  
Temperatur  $< 165^\circ\text{C}$  in flüchtige Verbindungen (FV) und  $\text{AlCl}_3$   
15 haltigen Feststoff (F) aufgetrennt wird, wobei alle  
Konzentrationsangaben auf das Gewicht bezogen sind. .
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem das Organochlorsilane  
enthaltende Verbindungsgemisch (V1) aus der Direktsynthese  
20 von Alkylchlorsilanen oder aus der  $\text{AlCl}_3$ -katalysierten  
Hochsiederspaltung der Nebenprodukte der Direktsynthese  
stammt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem die  
25 Organochlorsilane Alkylchlorsilane der allgemeinen Formel  
 $\text{R}_a\text{H}_b\text{SiCl}_{4-a-b}$  sind, in der a die Werte 1, 2, 3 oder 4, b  
die Werte 0, 1 oder 2 und R einen Methyl-, Ethyl-, Butyl-  
oder Propylrest bedeuten.
- 30 4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, bei dem die eingesetzte  
Verdampfereinheit eine Einheit zur Sprühverdampfung,  
Dünnschicht- oder Dünnschichtverdampfung ist.



Verfahren zum Abtrennen von Aluminiumchlorid aus  
Organochlorsilanen

Zusammenfassung

5

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Abtrennung von  $\text{AlCl}_3$  aus einem Organochlorsilane enthaltenden

Verbindungsgemisch (V1) mit einem  $\text{AlCl}_3$ -Gehalt von  $>200$  ppm

bezogen auf den Gehalt an Organochlorsilanen, bei dem das

10 Verbindungsgemisch (V1) mit Verbindungen (V2), die ausgewählt werden aus Organochlorsilanen oder Mischungen aus Chlormethan und Organochlorsilanen derart verdünnt wird, dass ein Produktstrom (P) mit  $< 15$  % Feststoffen, bei einer

gleichzeitigen Konzentration  $< 25\%$  an Komponenten mit einem

15 Siedepunkt  $> 71^\circ\text{C}$  bei 1013 hPa anfällt und dieser Produktstrom (P) in einer Verdampfereinheit bei einer Temperatur  $< 165^\circ\text{C}$  in flüchtige Verbindungen (FV) und  $\text{AlCl}_3$  haltigen Feststoff (F)

aufgetrennt wird, wobei alle Konzentrationsangaben auf das Gewicht bezogen sind.

20